



19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

12 **Offenlegungsschrift**
10 **DE 198 09 477 A 1**

51 Int. Cl.⁶:
G 01 N 31/10
G 01 N 1/28
// G 01 N 21/17,30/02,
B 01 J 29/12,23/63

21 Aktenzeichen: 198 09 477.9
22 Anmeldetag: 6. 3. 98
43 Offenlegungstag: 16. 9. 99

DE 198 09 477 A 1

71 Anmelder:
Schüth, Ferdi, Prof.Dr., 61440 Oberursel, DE

74 Vertreter:
Luderschmidt, Schüler & Partner, 65189 Wiesbaden

72 Erfinder:
Erfinder wird später genannt werden

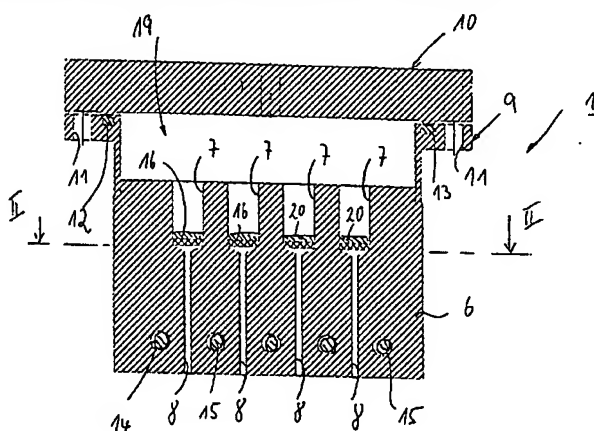
56 Entgegenhaltungen:
DE 27 14 939 B2
WO 97 32 208 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Anordnung zum Testen der katalytischen Aktivität von einem Reaktionsgas ausgesetzten Feststoffen

57 Eine Anordnung zum Testen der katalytischen Aktivität von einem Reaktionsgas ausgesetzten Feststoffen umfaßt eine Aufnahmeeinheit (1), die mehrere Ausnehmungen (7) zur Aufnahme jeweils eines Feststoffes und eine gemeinsame Gaszufuhr und den einzelnen Aufnehmungen zugeordnete Kanäle (8) aufweist, so daß alle Feststoffe gleichzeitig dem Reaktionsgas ausgesetzt und die bei der Reaktion entstehenden Produkte über die Kanäle getrennt abgeführt und einer Analyseeinheit zugeführt werden können. Die Ausnehmungen zur Aufnahme der Feststoffe sind in Form einer Matrix angeordnet. Die Testanordnung umfaßt darüber hinaus eine Beschickungseinheit, mit der sich die nach kombinatorischen Methoden räumlich getrennt hergestellten Katalysatoren einfach in die Ausnehmungen der Aufnahmeeinheit überführen lassen.



DE 198 09 477 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Anordnung zum Testen der katalytischen Aktivität von einem Reaktionsgas ausgesetzten Feststoffen mit einer Einheit zur Aufnahme der Feststoffe und einer Einheit zur Analyse der bei der Reaktion entstehenden Produkte.

Zur Herstellung und Charakterisierung von Katalysatoren werden die potentiell aktiven Träger- und Katalysatorkomponenten in vermeintlich geeigneter Weise kombiniert und die so geschaffenen Mehrkomponentengemische mit einer geeigneten Testreaktion unter bestimmten, meist durch technische Limitierungen festgesetzten Bedingungen getestet. Während die Synthese solcher Materialien oft noch mit zeitlich überschaubarem Aufwand bewältigt werden kann, stellt die Erprobung der Katalysatoren hingegen einen sehr zeit- und arbeitsaufwendigen Schritt dar. Im allgemeinen wird das zu testende Material in einen eigens hierfür konzipierten Labortestreaktor eingefüllt und unter vorgegebenen Parametern auf seine Tauglichkeit für die jeweilige Umsetzung eines Eduktgemisches getestet.

Die EP 0 423 294 B1 beschreibt eine Einrichtung zur Untersuchung und Bewertung von Wirbelschicht-Crack-Katalysatoren, die über einen einzigen rohrförmigen Reaktor verfügt. Die bekannte Einrichtung dient zum Durchführen einer Serie von fortlaufenden zyklischen Experimenten unter Variierung experimenteller Bedingungen.

Darüber hinaus ist die gleichzeitige Austestung von Katalysatoren in mehreren separaten Reaktoren bekannt, die von einer gemeinsamen Gasaufbereitung versorgt werden. Auch bei der Austestung von Katalysatoren in Parallelreaktoren ist das Beschicken der Katalysatoren mit den zu testenden Materialien eine zeit- und arbeitsaufwendige Maßnahme. Nachteilig ist auch, daß die Anzahl der zur Verfügung stehenden Reaktoren, die sich parallel betreiben lassen, in der Praxis begrenzt ist.

Eine entscheidende Neuerung der letzten Jahre in der bioorganischen Synthese war die Entwicklung kombinatorisch synthetischer Verfahren (Furka, A., Sebastián, E., Asgedom, M., Dibó, G., Abstr. - 14th Int. Congr. Biochem., Prag 1988, Vol. 5, 47). Meist wird bei solchen Synthesen nur mit sehr kleinen Substanzmengen gearbeitet und oft werden polymere Träger zur Fixierung einer der Reaktanden und der entstehenden Produkte verwendet. Somit stellt die kombinatorische Synthese heute eines der Standardwerkzeuge in der bioorganischen Chemie dar. Das effiziente Testen einer Substanzbibliothek, die durch solche synthetische Verfahren hergestellt wurde, ist derzeit im sogenannten "high throughput screening" bei dem Testen potentieller Pharmazeutika am weitesten vorangetrieben worden. Derzeitige Testmethoden basieren auf der Zudosierung des jeweiligen Stoffes aus der Substanzdatenbank zu einem Enzym oder Zellkulturen, die die Anwesenheit einer Wechselwirkung zwischen dem Stoff und einer bestimmten aktiven Stelle im Enzym oder im Zellstoffwechsel durch eine Lumineszenz anzeigen. Die Substanzen aus den Bibliotheken werden in sogenannten "Arrays", unter denen Platten mit Vertiefungen, die als Reaktionsgefäße dienen, zu verstehen sind, mit dem jeweiligen Testsystem in Kontakt gebracht, danach erfolgt oft noch eine geeignete Weiterbehandlung der Probe (Bestrahlung, Inkubation, etc.), an die sich der abschließende Bewertungstest anschließt.

Die ersten Ansätze einer Übertragung kombinatorischer Synthese- und Testverfahren auf anorganische Festkörper wurden 1995 von Schultz et al. veröffentlicht (Xiang, X. - D., Sun, X., Briceno, G., Lou, Y., Wang, K.-A., Chang, H., Wallace-Freedman, W.-G., Chen, S.-W., Schultz, P. G., Science 268, 1995, 1738 und Briceno, G., Chang, H., Sun, X.,

Schultz, P. G., Xiang, X.-D., Science 270, 1995, 273 sowie Sun, X.-D., Wang, K.-A., Yoo, Y., Wallace-Freedman, W. G., Gao, C., Xiang, X. -D., Schultz, P. G., Adv. Mater. 9, No. 13, 1997, 1046 und Wei, T., Wallace-Freedman, W. G., Schultz, R.G., Xiang, X.-D., Appl. Phys. Lett. 68, 1996, 3506). Hierbei wird zur Herstellung der Verbindung ein Beschichtungsverfahren verwendet, das durch Maskentechniken die Herstellung verschiedener Kombinationen auf einem Substrat erlaubt.

Der entscheidende Nachteil der von Schultz et al. beschriebenen Methode besteht zum ersten darin, daß durch die Beschichtungsverfahren nur ein sehr kleiner Teil der chemisch möglichen Kombination hergestellt wird, die mit herkömmlichen bei der Katalysatorpräparation üblichen naßchemischen Verfahren erhalten werden können. Somit wird die Bibliothek der möglichen katalytisch aktiven Kandidaten erheblich verkleinert. Ein Verfahren zum Austesten der katalytischen Aktivität der Materialien ist nicht beschrieben.

Auf dem Gebiet des gleichzeitigen Austestens von Katalysatoren wurde eine Arbeit von Luss et. al. veröffentlicht (Moates, F.C., Somani, M., Annamalai, J., Richardson, i T., Luss, D., Willson, R. C., Ind. Eng. Chem. Res. 35, 1996, 4801), bei der Katalysatorpellets durch Infrarot-Thermographie getestet wurden. Diese Methode ist jedoch auf Reaktionen mit großer Wärmetönung limitiert. Selektivitätsunterschiede werden nicht erfaßt.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Anordnung zu schaffen, mit der sich die katalytische Aktivität von einem Reaktionsgas ausgesetzten Feststoffen ohne größeren Zeit- und Arbeitsaufwand effektiv testen läßt.

Die Lösung dieser Aufgabe erfolgt erfindungsgemäß mit den Merkmalen des Patentanspruchs 1.

Die erfindungsgemäße Anordnung erlaubt die simultane aber auch sequentielle Erprobung einer großen Anzahl von Festkörperkatalysatoren, die einem Reaktionsgas ausgesetzt sind, wobei die Bedingungen wie Druck, Temperatur etc. frei variiert werden können.

Die Anordnung umfaßt eine Aufnahmeeinheit, die mehrere Ausnehmungen zur Aufnahme jeweils eines Feststoffes aufweist, dessen katalytische Aktivität getestet werden soll. Über eine gemeinsame Gaszufuhr werden alle Feststoffe in der Aufnahmeeinheit dem Reaktionsgas gleichzeitig ausgesetzt. Der Gasstrom wird in den einzelnen Ausnehmungen zugeordneten Kanälen abgeführt, so daß die über jeden Katalysator entstehenden Produkte separat für jeden Feststoff in der Analyseeinheit analysiert werden können. Die Analyse kann beispielsweise durch die bekannten spektroskopischen, spektrometrischen oder chromatographischen Verfahren erfolgen. Während der Testphase kann jeweils nur einer der Kanäle zur Analyseeinheit freigeschaltet sein, während das über die anderen Kanäle abgeführte Gas nicht analysiert wird. Die Aufnahmeeinheit ermöglicht aber auch die Analyse des über mehrere Kanäle abgeführten Gasstroms. Es können auch beliebig viele Kanäle geschlossen werden, so daß sie nicht vom Reaktionsgas durchströmt werden.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Aufnahmeeinheit sind die Ausnehmungen in Form einer Matrix angeordnet. Die Anordnung in Form einer Matrix ermöglicht nicht nur die Erprobung einer großen Anzahl von Katalysatoren auf engem Raum, sondern erleichtert auch das Einbringen der zu testenden Feststoffe in die Ausnehmungen mittels einer Beschickungseinheit, in der die Katalysatoren synthetisiert und dann in die Ausnehmungen der Aufnahmeeinheit überführt werden. Es ist aber auch möglich, die Katalysatoren direkt in der Aufnahmeeinheit zu synthetisieren.

Die Kanäle zum Abführen des Gasstroms befinden sich vorzugsweise am Boden der Ausnehmungen, so daß die Ka-

talysatoren von dem Reaktionsgas durchströmt werden.

Die Beschickungseinheit zum gleichzeitigen Einbringen der Stoffe in die Aufnahmeeinheit weist den einzelnen Ausnehmungen zugeordnete Kanäle auf, in denen die Katalysatoren nach kombinatorischen Methoden räumlich getrennt hergestellt werden können. Um die Kanäle der Beschickungseinheit zum Synthetisieren der Feststoffe verschließen zu können, ist vorteilhafterweise ein Schieber vorgesehen, der sämtliche Kanäle verschließt bzw. freigibt.

Die Kanäle der Beschickungseinheit sind entsprechend den Ausnehmungen der Aufnahmeeinheit angeordnet. Zum Überführen der Feststoffe wird die Beschickungseinheit an die Aufnahmeeinheit angesetzt, wobei die Kanäle der Beschickungseinheit dann mit den Ausnehmungen der Aufnahmeeinheit fluchten.

Zum Auspressen der Feststoffe aus den Ausnehmungen umfaßt die erfindungsgemäße Anordnung vorteilhafterweise ein Preßwerkzeug, das den Kanälen der Beschickungseinheit zugeordnete Preßstempel aufweist.

Zur Justierung verfügt die Aufnahmeeinheit über einen umlaufenden Ansatz, in den die Beschickungseinheit passend eingesetzt werden kann. Bei abgenommener Beschickungseinheit wird auf den umlaufenden Ansatz der Aufnahmeeinheit ein Deckel gesetzt, so daß eine gemeinsame Gaszufuhrkammer für die Ausnehmungen in der Aufnahmeeinheit geschaffen wird. Durch eine Bohrung im Deckel kann das Reaktionsgas dann der gemeinsamen Gaszufuhrkammer zugeführt werden.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform weist die Aufnahmeeinheit eine Heizeinrichtung auf, um die gewünschte Reaktionstemperatur einstellen zu können.

Die zu testenden Festkörperkatalysatoren sitzen vorzugsweise auf Plättchen aus porösen Material, die in den Ausnehmungen der Aufnahmeeinheit quer zur Strömungsrichtung des Reaktionsgases angeordnet sind.

Im folgenden wird ein Ausführungsbeispiel der erfindungsgemäßen Anordnung zum Testen der katalytischen Aktivität von einem Reaktionsgas ausgesetzten Feststoffen, unter Bezugnahme auf die Zeichnungen näher erläutert.

Es zeigen:

Fig. 1 die Aufnahmeeinheit der Anordnung zum Testen der katalytischen Aktivität von einem Reaktionsgas ausgesetzten Feststoffen in geschnittener Darstellung,

Fig. 2 einen Schnitt durch die Aufnahmeeinheit entlang der Linie II-II von **Fig. 1**,

Fig. 3 die Aufnahmeeinheit von **Fig. 1** in der Draufsicht,

Fig. 4 das Gasflußschema der Testanordnung,

Fig. 5 die Beschickungseinheit der Testanordnung in geschnittener Darstellung,

Fig. 6 einen Schnitt durch die Beschickungseinheit entlang der Linie VI-VI von **Fig. 5**,

Fig. 7 den Schieber der Beschickungseinheit von **Fig. 5** in der Draufsicht,

Fig. 8 das Preßwerkzeug der Testanordnung in geschnittener Darstellung und

Fig. 9 die Zerkleinerungseinheit der Testanordnung in geschnittener Darstellung.

Die Anordnung zum Testen der katalytischen Aktivität von Feststoffen umfaßt eine Aufnahmeeinheit **1** (**Fig. 1** bis **3**), in der die Festkörperkatalysatoren einem Reaktionsgas ausgesetzt werden, eine Analyseeinheit **2** mit einer Ventilanordnung **3** (**Fig. 4**), mit der die bei der Reaktion entstehenden Produkte analysiert werden und eine Beschickungseinheit **4** mit einem Preßwerkzeug **5**, in der die Katalysatoren nach kombinatorischen Methoden räumlich getrennt hergestellt werden (**Fig. 5** bis **8**).

Fig. 1 zeigt einen Schnitt durch die Aufnahmeeinheit **1** der Testanordnung. Die Aufnahmeeinheit **1** weist einen zy-

lindrischen Körper **6** aus wärmeleitendem Material, vorzugsweise Messing auf, der an seiner Oberseite mit zylindrischen Bohrungen **7** versehen ist, die in Form einer $n \times m$ Matrix mit vier Zeilen und vier Spalten angeordnet sind (**Fig. 2**). Eine 4×4 Matrix ist nur beispielhaft angegeben, es sind auch Anordnungen mit einer wesentlich größeren Anzahl von Ausnehmungen möglich.

Am Boden jeder Ausnehmung **7** ist ein Kanal **8** angeschlossen, der an der Unterseite des Messingkörpers **6** aus der Aufnahmeeinheit **1** herausführt. Die Kanäle **8** verlaufen parallel zueinander in vertikaler Richtung. Sie haben einen kleineren Durchmesser als die Ausnehmungen. Dies stellt ähnliche Flüsse durch alle Ausnehmungen sicher, da die Kanäle die jeweiligen Hauptströmungswiderstände darstellen. Die einzelnen Kanäle können auch gezielt verengt werden, um in allen Ausnehmungen exakt die gleichen Flüsse einzustellen. Hierzu können in der Aufnahmeeinheit entsprechende Drossleinrichtungen oder dgl. vorgesehen sein.

An der Oberseite des Messingkörpers **6** ist ein Flansch **9** zur Befestigung eines Deckels **10** aus wärmeleitendem Material, vorzugsweise Messing, angesetzt. Flansch **9** und Deckel **10** weisen mehrere umfangsmäßig verteilt angeordnete Bohrungen **11** auf, so daß der Deckel fest mit dem Messingkörper verschraubt werden kann (**Fig. 3**). Zur Abdichtung des Deckels **10** gegenüber dem Flansch **9** ist eine Ringdichtung **12** vorgesehen, die in einer Ringnut **13** des Flansches **9** sitzt.

Der Messingkörper **6** und der Deckel **10** weisen Bohrungen **14** zur Aufnahme von Heizpatronen **15** einer Heizeinrichtung auf, um die Aufnahmeeinheit **1** auf die Reaktionstemperatur aufheizen zu können.

Die zu untersuchenden Katalysatoren sitzen jeweils auf einem Plättchen **16** aus einer porösen Innertmasse (Fritte), das am Boden jeder Ausnehmung quer zu deren Längsachse angeordnet ist.

Zum gleichzeitigen Testen der Katalysatoren wird der Deckel **10** mit dem Flansch **9** des Messingkörpers **6** verschraubt und über in dem Deckel vorgesehene Bohrungen **17**, **18** wird das Reaktionsgas in die oberhalb der Ausnehmungen **7** befindliche Gaszufuhrkammer **19** geleitet. Das Reaktionsgas durchströmt die auf den Fritten **16** sitzenden Katalysatoren **20** und wird über die Kanäle **8** abgeführt.

Fig. 4 zeigt das Gasflußschema der Testanordnung. Das Reaktionsgas strömt aus einem Gasbehälter **21** über eine Gaszufuhrleitung **22**, in die eine Dosiereinrichtung **23** geschaltet ist, in die Ausnehmungen **7** der von der Temperatureinheit **24** auf die Reaktionstemperatur aufgeheizten Aufnahmeeinheit **1**, so daß die Katalysatoren von dem Reaktionsgas durchströmt werden.

Die bei der Reaktion entstehenden Produkte werden für jeden Katalysator über die separaten Kanäle **8** getrennt abgeführt, um den Abstrom selektiv der Analyseeinheit **2** zu führen zu können.

An dem Auslaß jedes Kanals **8** ist der Einlaß eines Multiportventils **24** angeschlossen. Die Multiportventile sind elektromagnetisch betätigbar und werden von einer Steuereinheit **25** über Steuerleitungen **26** angesteuert. Der erste Ausgang jedes Multiportventils **24** ist über eine Gasleitung **27** mit einer ersten gemeinsamen Gasabfuhrleitung **28** verbunden, die zu der Analyseeinheit **2** führt, während der zweite Ausgang jedes Multiportventils **24** über eine zweite Gasleitung **29** mit einer zweiten gemeinsamen Gasabfuhrleitung **30** verbunden ist, die ebenfalls zu der Analyseeinheit **2**, z. B. ein Massenspektrometer, führt.

Je nach der Schaltstellung der Multiportventile können die bei der Reaktion entstehenden Produkte für jeden Katalysator getrennt nacheinander der Analyseeinheit **2** zugeführt werden oder es kann der Abstrom von zwei beliebigen

Katalysatoren analysiert werden. Die aus den Multiportventilen bestehende Ventilanordnung kann in Abhängigkeit von der Anzahl der zu testenden Katalysatoren beliebig erweitert werden.

Anstelle einer Ventilanordnung zum Freischalten der einzelnen Kanäle kann auch unterhalb der Aufnahmeeinheit 1 ein Manipulator mit einer in xyz-Richtung verfahrbaren Einlaßkapillare angeordnet sein, an der die Analyseeinheit angeschlossen ist. Die Einlaßkapillare kann dann mit dem Manipulator nacheinander in die Kanäle eingefahren werden, so daß sich der Abstrom jedes Katalysators getrennt analysieren läßt. Prinzipiell können aber auch jedem Kanal ein separates Analysegerät zugeordnet werden, so daß eine höhere parallelisierte Analyse möglich ist.

Fig. 5 zeigt einen Schnitt durch die Beschickungseinheit 4 der Testanordnung. Die Beschickungseinheit 4 weist einen zweiteiligen zylindrischen Metallkörper 31 auf, dessen Durchmesser dem Innendurchmesser des Flansches 9 der Aufnahmeeinheit 1 entspricht, so daß die Beschickungseinheit 4 in die Aufnahmeeinheit 1 passend eingesetzt werden kann. Der zylindrische Metallkörper 31 weist in Form einer 4 x 4 Matrix angeordnete Kanäle 32 auf. Die Anordnung und der Durchmesser der Kanäle 32 entspricht den Ausnehmungen 7 der Aufnahmeeinheit 1, so daß diese fluchten, wenn die Beschickungseinheit in die Aufnahmeeinheit eingesetzt ist.

Zwischen dem Ober- und Unterteil 31a, 31b des zylindrischen Metallkörpers ist ein Schieber 33 quer zur Längsachse der Kanäle 32 verschiebbar geführt. Der Schieber 33 ist eine Blechplatte mit Bohrungen 34, die ebenfalls in Form einer 4 x 4 Matrix angeordnet sind. Diese Bohrungen 34 fluchten mit den Kanälen 32 des zylindrischen Metallkörpers 31. Die beiden Befestigungselemente 35, die das Ober- und Unterteil zusammenhalten, erstrecken sich durch seitliche Langlöcher 36 des Schiebers 33 und begrenzen dessen Schiebeweg. Der Schieber 33 kann zwischen zwei Stellungen verschoben werden, in der die Kanäle 32 der Beschickungseinheit verschlossen oder freigegeben sind.

Der Schieber 33 besteht vorzugsweise aus Metall. Es ist aber auch möglich, daß der Schieber eine Lochplatte aus porösem Material (Fritte) ist, die zur Filtration dient, wenn sich der Schieber in einer Stellung befindet, in der die Bohrungen der Lochplatte nicht mit den Kanälen der Beschickungseinheit fluchten.

Fig. 6 zeigt einen Schnitt durch das Preßwerkzeug 5 der Testanordnung. Das Testwerkzeug weist in Form einer 4 x 4 Matrix angeordnete Preßstempel 37 auf, die mit Schrauben 38 an einer runden Platte 39 befestigt sind. Die Preßstempel 37 sind derart angeordnet und bemessen, daß sie bei geöffnetem Schieber 33 passend in die Kanäle 32 der Beschickungseinheit 4 eingeschoben werden können.

Fig. 7 zeigt einen Schnitt durch eine Zerkleinerungseinheit 40 in Form eines Gitters, das aus rechtwinklig in einem Abstand von etwa 2 mm angeordneten Schneiden 41 besteht. Die Zerkleinerungseinheit 40 kann in die Gaszuführkammer 19 der Aufnahmeeinheit 1 eingelegt werden, bevor die Beschickungseinheit 4 in die Aufnahmeeinheit eingesetzt wird, um die in der Beschickungseinheit präparierten Feststoffe beim Überführen in die Aufnahmeeinheit zu zerkleinern. Die Zerkleinerungseinheit kann aber auch mit der Beschickungseinheit einstückig sein.

Nachfolgend wird eine Kohlenmonoxidoxidation an kombinatorisch hergestellten Katalysatoren unter Verwendung der obigen Testanordnung beschrieben.

Für diese Testreaktion wurden kombinatorisch hergestellte Katalysatoren aus den Trägern Zcolith Y, Aluminiumoxid, Titandioxid und Zirkoniumoxid in Kombination mit den potentiell katalytisch wirksamen Metallen Platin

und Palladium und dem Promotor Cer für die Testreaktion der katalytischen Oxidation von Kohlenmonoxid zu Kohlendioxid erprobt. Hierbei wurden die Katalysatoren einem Reaktionsgasgemisch aus synthetischer Luft und 80% Kohlenmonoxid ausgesetzt. Die Temperatur der Reaktionsgasatmosphäre wurde schrittweise erwärmt und dabei der Produktgasstrom in den einzelnen Kanälen für die jeweilige Reaktionsgastemperatur spektroskopisch analysiert.

Die Katalysatoren werden in dem Oberteil des zylindrischen Körpers der Beschickungseinheit bei geschlossenem Schieber synthetisiert. Dabei wird in jeder der vier Spalten ein anderes Trägermaterial deponiert, z. B. in Spalte 1 ein silikatischer Träger, in Spalte 2 ein Aluminiumoxid, in Spalte 3 ein Titandioxid und in Spalte 4 ein Zirkoniumoxid. Die katalytisch aktive Substanz wird dann z. B. durch ein Tränkimprägnierungsverfahren aufgebracht, z. B. in Zeile 1 ein bestimmtes Volumen einer Platinsalzlösung, in Zeile 2 ein bestimmtes Volumen einer Palladiumsalzlösung, in Zeile 3 ein bestimmtes Volumen einer Platinsalz- und einer Palladiumsalzlösung und in Zeile 4 ein bestimmtes Volumen einer Platinsalz-, einer Palladiumsalz- und einer Cersalzlösung. Durch eine geeignete Hochtemperaturbehandlung wird das Lösungsmittel entfernt. Anschließend erfolgt eine Nachbehandlung, z. B. mit Wasserstoff. Um das Probenarray in die Aufnahmeeinheit überführen zu können, wird die Zerkleinerungseinheit in die Gaszuführkammer der Beschickungseinheit eingelegt und die Beschickungseinheit wird in die Aufnahmeeinheit eingesetzt. Bei geöffnetem Schieber werden die Festkörperkatalysatoren dann mittels des Preßwerkzeuges aus den Kanälen der Beschickungseinheit durch die gitterartige Platte in die Ausnehmungen der Aufnahmeeinheit gepreßt. Wenn eine Zerkleinerung der in der Beschickungseinheit präparierten Feststoffe nicht erforderlich ist, kann auf das Einlegen der Zerkleinerungseinheit in die Aufnahmeeinheit auch verzichtet werden. Dann werden die Zerkleinerungseinheit und die Beschickungseinheit wieder aus der Aufnahmeeinheit genommen. Anschließend wird die Aufnahmeeinheit mit dem Deckel dicht verschlossen und das Reaktionsgas wird zugeführt. Nun wird über die einzelnen Kanäle der Aufnahmeeinheit von den Katalysatoren abgeführte Produktgasstrom in der Analyseeinheit spektroskopisch analysiert, während die Temperatur der Reaktionsgasatmosphäre schrittweise erhöht wird.

Patentansprüche

1. Anordnung zum Testen der katalytischen Aktivität von einem Reaktionsgas ausgesetzten Feststoffen mit einer Einheit zur Aufnahme der Feststoffe und einer Einheit zur Analyse der bei der Reaktion entstehenden Produkte, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Aufnahmeeinheit (1) mehrere Ausnehmungen (7) zur Aufnahme jeweils eines Feststoffes und eine gemeinsame Gaszufuhr und den einzelnen Ausnehmungen zugeordnete Kanäle (8) aufweist, so daß alle Feststoffe gleichzeitig dem Reaktionsgas ausgesetzt und die bei der Reaktion entstehenden Produkte über die Kanäle getrennt abgeführt und der Analyseeinheit (2) zugeführt werden können.
2. Anordnung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Ausnehmungen (7) zur Aufnahme der Feststoffe in Form einer Matrix angeordnet sind, wobei die Kanäle (8) am Boden der Ausnehmungen (7) angeschlossen sind, so daß die in die Ausnehmungen eingebrachten Feststoffe von dem Reaktionsgas durchströmt werden können.
3. Anordnung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Ausnehmungen (7) zylindrische

Bohrungen sind.

4. Anordnung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Anordnung eine an die Aufnahmeeinheit (1) ansetzbare Beschickungseinheit (4) zum gleichzeitigen Einbringen der Feststoffe in die Aufnahmeeinheit umfaßt. 5

5. Anordnung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Beschickungseinheit (4) den Ausnehmungen (7) der Aufnahmeeinheit (1) zugeordnete Kanäle (32) aufweist, in denen die Feststoffe synthetisiert und aus denen die Feststoffe bei an die Aufnahmeeinheit angesetzter Beschickungseinheit in die Ausnehmungen der Aufnahmeeinheit überführt werden können. 10

6. Anordnung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Beschickungseinheit (4) einen Schieber (33) aufweist, der zwischen einer Stellung zum Synthetisieren der Feststoffe und einer die Kanäle freigebenden Stellung zum Überführen der Feststoffe in die Ausnehmungen (7) der Aufnahmeeinheit (1) verschiebbar ist. 15 20

7. Anordnung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Schieber (33) eine Lochplatte aus Metall oder porösem Material ist.

8. Anordnung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Aufnahmeeinheit (1) einen umlaufenden Ansatz (9), in dem die Beschickungseinheit (4) einsetzbar ist, und einen Deckel (10) aufweist, der bei abgenommener Beschickungseinheit unter Bildung einer gemeinsamen Gaszufuhrkammer (19) auf den umlaufenden Ansatz (9) aufsetzbar ist, wobei der Deckel mit mindestens einer Bohrung (17) zum Zuführen des Reaktionsgases versehen ist. 25 30

9. Anordnung nach einem der Ansprüche 4 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Anordnung ein Preßwerkzeug (5) mit den Kanälen (32) der Beschickungseinheit (4) zugeordneten Preßstempeln (37) umfaßt, die zum Auspressen der Feststoffe in die Kanäle (32) der Beschickungseinheit eingeführt werden können. 35

10. Anordnung nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Aufnahmeeinheit eine Heizeinrichtung (24) aufweist. 40

11. Anordnung nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß in den Ausnehmungen (7) der Aufnahmeeinheit (1) aus porösem Material hergestellte Plättchen (20) zur Aufnahme der in die Ausnehmungen einzubringenden Feststoffe vorgesehen sind. 45

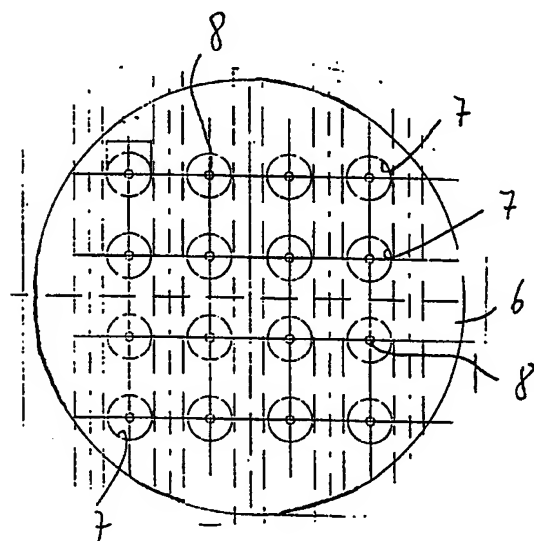
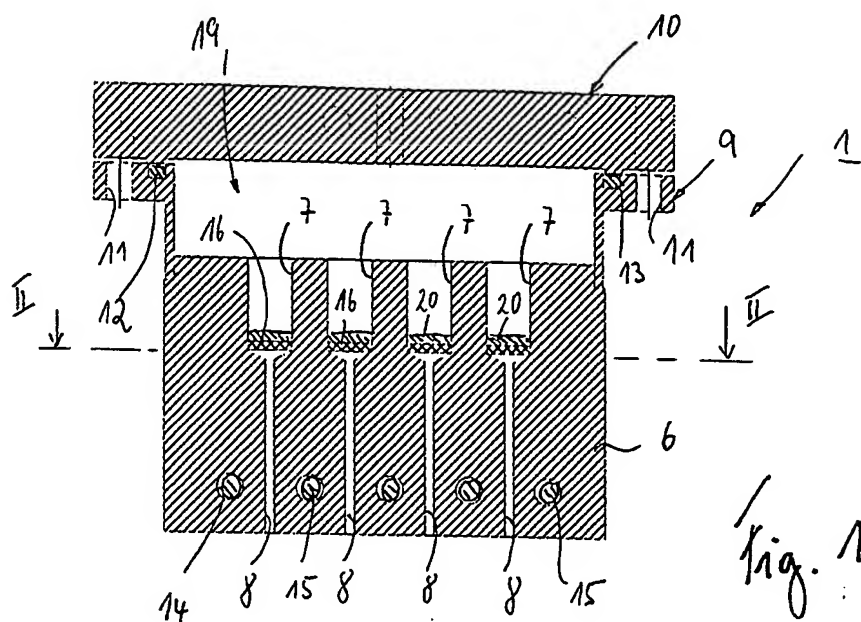
12. Anordnung nach einem der Ansprüche 4 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Anordnung eine Zerkleinerungseinheit (40) zum Zerkleinern der in der Beschickungseinheit (4) präparierten Feststoffe beim Überführen in die Aufnahmeeinheit (1) aufweist. 50

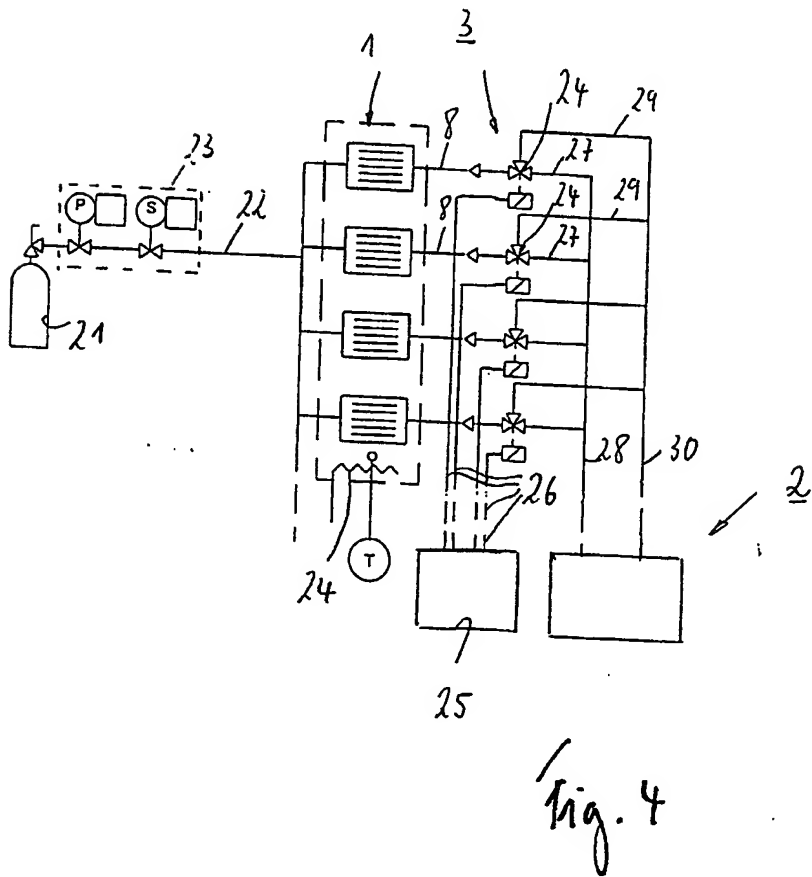
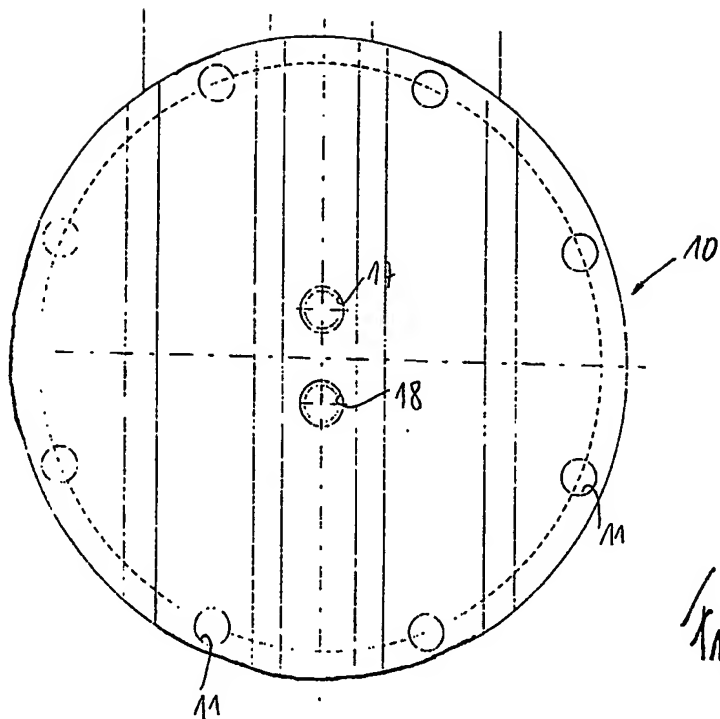
Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

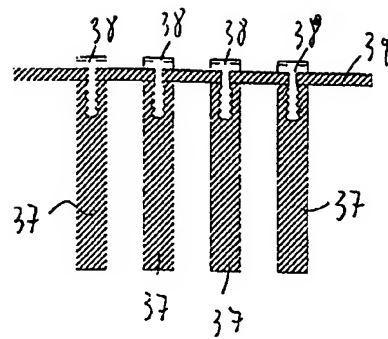
55

60

65







5

Fig. 8



40

Fig. 9

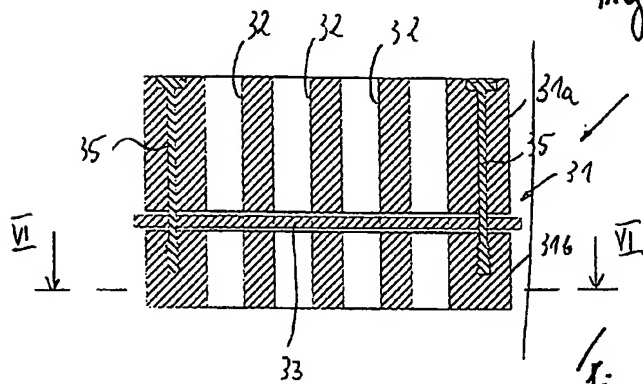


Fig. 5

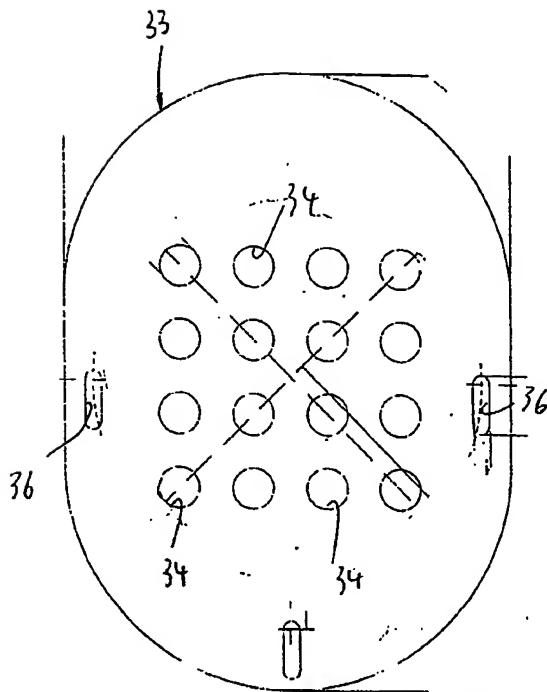


Fig. 7

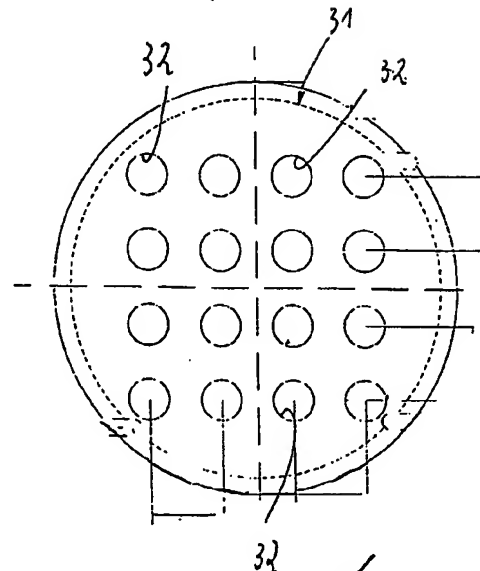


Fig. 6